



中华人民共和国国家标准

GB/T 15251—2008

代替 GB/T 15251—1994, GB/T 3514—1992

橡胶 游离硫的测定

Rubber—Determination of free sulfur

(ISO 7269:1995, MOD)

2008-05-15 发布

2008-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
橡 胶 游 离 硫 的 测 定
GB/T 15251—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 23 千字
2008年7月第一版 2008年7月第一次印刷

*

书号: 155066·1-32227

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本标准修改采用 ISO 7269:1995《橡胶 游离硫的测定》(英文版),包括其修改单 ISO 7269:1995/Cor. 1:2002(英文版)。

本标准代替 GB/T 3514—1992《硫化橡胶中游离硫含量的测定 亚硫酸钠法》,GB/T 15251—1994《橡胶 游离硫的测定 铜螺旋法》。

本标准根据 ISO 7269:1995 重新起草。

本标准与国际标准 ISO 7269:1995 的主要差异及其原因、章节结构变化如下:

- 增加了碘标准滴定溶液和硫代硫酸钠标准滴定溶液的配制及标定方法(本标准 5.1.7、5.1.8),以提高本标准的可操作性。
- 在亚硫酸钠法中,加热时加入瓷沸石(本标准 7.1.2);使用普通锥形瓶(本标准 7.2.1);硅藻土厚度由 5 mm 改为 2 mm(ISO 7269:1995 的 7.3.3;本标准 7.3.3);用小漏斗代替表面皿盖上锥形瓶口(ISO 7269:1995 的 7.3.1;本标准 7.3.1)。这样规定提高了本标准的可操作性。

为便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

- a) “本国际标准”改为“本标准”;
- b) 删除国际标准前言;
- c) 增加了资料性附录 B。

本标准是对 GB/T 3514—1992 和 GB/T 15251—1994 的整合修订,技术内容与 GB/T 3514—1992 和 GB/T 15251—1994 相比,主要变化如下:

- 增加了引言;
- 增加了警示语;
- 增加了标准的局限性说明(本版 4);
- 增加了快速抽提法、铜螺旋法 B(本版 6);
- 增加了测定方法所使用的玻璃仪器的规格(GB/T 3514—1992 的 4,GB/T 15251—1994 的 5;本版 5.2,6.2,7.2);
- 增加了碘标准滴定溶液和硫代硫酸钠标准滴定溶液的配制及标定方法(本版的 5.1.7,5.1.8);
- 修改了胶料的处理方法(GB/T 3514—1992 的 5,GB/T 15251—1994 的 6;本版的 5.3,6.3,7.3);
- 在亚硫酸钠法中:加热时为防止起泡,增加了液体石蜡(本版的 7.1.10,7.3.1);用硅藻土代替石棉作为过滤填料(GB/T 3514—1992 的 3.8 和 5;本版的 7.1.9 和 7.3.3);
- 修改了试验步骤:用反滴定法代替直接滴定法(GB/T 3514—1992 的 5;本版的 7.3.4);
- 增加了试验报告内容要求(本版 8);
- 将试验平行测定的允许偏差改为资料性附录 B(GB/T 3514—1992 的 7;本版的附录 B);
- 增加了资料性附录,促进剂对试验结果的影响(本版的附录 A)。

本标准的附录 A 和附录 B 均为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国橡胶标委橡胶物理和化学试验方法分技术委员会(SAC/TC 35/SC 2)归口。

GB/T 15251—2008

本标准的主要起草单位：北京橡胶工业研究设计院，杭州中策橡胶有限公司。

本标准的主要起草人：姜云平、伍江涛、张燕、项蝉、杨煜、鲁毅、薛秀。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 3514—1992；

——GB/T 15251—1994。

引 言

未硫化橡胶胶料中的游离硫的含量(例如胶料中的未结合的硫的含量)应代表全部添加的单体硫。随着硫化的进行以及硫与橡胶的逐渐结合,游离硫的数量将逐渐减少,所以在配方已知并且单体硫(包括其他成分)的配比适当的情况下,在任何特定产品中的游离硫数量都与其硫化程度有一定的关系。

游离硫比例高的硫化橡胶更容易喷霜,因此在一些特定产品说明书中需要标出最大游离硫含量值。

橡胶 游离硫的测定

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了三种测定硫化橡胶中游离硫的方法,即两种铜螺旋法和一种亚硫酸钠法。

本标准适用于各种硫化橡胶,两种铜螺旋法也适用于第4章描述局限范围内的未硫化胶料。

附录A提供了多种促进剂商品对游离硫测定方法的影响,用质量分数表示。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 3516 橡胶 溶剂抽出物测定法(GB/T 3516—2006,ISO 1407:1992,MOD)

ISO 383:1976 实验室玻璃仪器 可互换的锥形接口

3 原理

3.1 铜螺旋法

3.1.1 方法A

按照GB/T 3516规定的溶剂抽提方法,用丙酮抽提出试料中的游离硫,并且在盛放丙酮的烧瓶中放置一个螺旋状的铜网。铜与抽提出的硫反应并产生铜的硫化物。用盐酸处理留在烧瓶中的不溶于丙酮的铜及铜的硫化物。用乙酸镉缓冲溶液吸收生成的硫化氢,最后用碘量法测定生成的镉的硫化物。

3.1.2 方法B

快速铜螺旋法B与铜螺旋法A相似,不同的是方法B利用有蒸气套的索氏抽提器来减少抽提时间。索氏抽提器是通过减少容积(容积为6 mL)来增加抽提温度。

3.2 亚硫酸钠法

试料中的游离硫与亚硫酸钠反应,用碘量法测定生成的硫代硫酸钠。

4 局限性

4.1 铜螺旋法通常只能测定单体硫的含量,但秋兰姆类二硫化物及二胺硫化物类硫载体硫化剂也会导致结果偏高。此外,对于未硫化橡胶,如果添加的单体硫不溶于丙酮,即所谓的不溶性或无定形硫,则铜螺旋法不适用。试料中的游离硫总质量应该在0.2 mg~10 mg之间。

4.2 亚硫酸钠法对硫载体硫化剂以及防老剂过于敏感,并且不应用于未硫化橡胶。

4.3 这些方法在没有硫载体固化剂的情况下相对准确。

注:实际上,除了单质硫的测定,一些有活性的化合硫,如在秋兰姆二硫化物及多硫化物的硫,也会产生同样的实验效果。